



PATENT
ATTORNEY DOCKET NO. 05032-00029

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:)
Thomas F.A. Piljs)
Serial No.: 10/601,009) Examiner: Monzer R. Chorbaji
Filed: June 17, 2003) Art Unit: 1744
Title: PASTEURIZING OR STERILIZING)

Mail Stop Amendment
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

TRANSMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT

Applicant submits herewith a certified copy of Dutch Patent Application No. NL 1016981, from which the above-referenced U.S. patent application claims priority. No fee is due. Please apply any other charges or any credits to Deposit Account No. 19-0733.

Respectfully submitted,

Dated: September 1, 2005

John P. Iwanicki, Reg. No. 34,628
BANNER & WITCOFF, LTD.
28 State Street, 28th Floor
Boston, MA 02109
Telephone: (617) 720-9600



OCTROOICENTRUM NEDERLAND



Koninkrijk der Nederlanden



Hierbij wordt verklaard, dat in Nederland op 22 december 2000 onder nummer 1016981,
ten name van:

NUTRICIA N.V.
te Zoetermeer

een aanvraag om octrooi werd ingediend voor:
"Pasteuriseren of steriliseren",

en dat de hieraan gehechte stukken overeenstemmen met de oorspronkelijk ingediende stukken.

Rijswijk, 6 juli 2005

De Directeur van Octrooicentrum Nederland,
voor deze,

D.H. de Haas

1016981

B. v.d. I.E.

22 DEC. 2000

P54761NL00

Titel: Pasteuriseren of steriliseren

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een product met een laag gehalte aan micro-organismen, op een werkwijze voor het drogen van een dergelijk product en op een product dat verkrijgbaar is volgens een werkwijze volgens de uitvinding.

5 De microbiologische kwaliteit van producten die voor consumptie bedoeld zijn, zoals bijvoorbeeld zuigelingenvoeding, moet aan strikte eisen voldoen. Deze kwaliteit wordt gewaarborgd door een aantal maatregelen te nemen. Zo wordt onder andere met zuivere grondstoffen gewerkt, moet elke bron van besmetting voorkomen worden, en wordt aan het product een
10 hittebehandeling gegeven, waardoor de aanwezige micro-organismen en/of sporen daarvan gedood worden.

Een dergelijke hittebehandeling kan plaatsvinden door het gebruik van stoom, zoals bekend is uit DE 29 46 326 en EP 0 601 329. Hierin worden T-vormige lichamen beschreven die de gebruiker in staat stellen
15 stoom intensief met een stroom vloeibaar product in contact te brengen. Er vindt dan sterilisatie plaats doordat de stoom goed gemengd wordt met het product en het product gedurende relatief lange tijd een hoge temperatuur houdt. Hierdoor raken echter hittegevoelige componenten in het product beschadigd en zouden ongewenste organoleptische veranderingen in het
20 product plaats kunnen vinden.

Door beschadiging van hittegevoelige stoffen in een product, bijvoorbeeld ten gevolge van irreversibele denaturatie, polymerisatie, ontleding, oxidatie e.d, kunnen deze hittegevoelige stoffen hun activiteit verliezen en zouden zelfs ongewenste verbindingen kunnen ontstaan, zoals bijvoorbeeld Maillard producten en polymerisatieproducten.
25

Tevens kan het verhitten van bijvoorbeeld bepaalde eiwit- of zetmeelhoudende producten en slurries van producten met een hoge viscositeit voor grote praktische problemen zorgen, zoals verstopping van

814

toevoerkanalen of vervuiling van warmtewisselaars, hetgeen desastreuze gevolgen kan hebben voor de efficiëntie van een pasteurisatie- of sterilisatieproces en andere verwerkingsstappen, zoals bijvoorbeeld het drogen van een gepasteuriseerd product.

5 Een doelstelling van de onderhavige uitvinding is te voorzien in een werkwijze voor het bereiden van een product met een microbiologische kwaliteit die voldoende goed is voor onder andere consumptiedoeleinden, onder condities die het product zo weinig mogelijk irreversibel aantasten.

10 Verrassenderwijs is gevonden dat het mogelijk is om een gepasteuriseerd of gesteriliseerd product te bereiden met een hoge kwaliteit, en in het bijzonder een hoge biologische activiteit, middels een werkwijze waarbij een product in vloeibare vorm in een verhitte mengkamer wordt gebracht en wordt verneveld onder bijkomstige van stoom waardoor micro-organismen worden gedood.

15 Met pasteuriseren en met steriliseren worden hier bedoeld het blootstellen van het product aan een hoge temperatuur, gedurende een geschikte tijdsduur voor het inactiveren van bepaalde enzymen en het doden van micro-organismen, zoals gist, schimmels en pathogene bacteriën en sporen van micro-organismen, zodat de microbiologische kwaliteit van 20 het gedroogde product verbetert. Sterilisatie is een thermische behandeling onder condities die in het algemeen tot een grotere mate van doding van micro-organismen leidt dan pasteurisatie.

25 De microbiologische kwaliteit wordt uitgedrukt in de vorm van het kiemgetal. Dit is het aantal kiemen (*i.e.* micro-organismen en sporen daarvan) per eenheid product en kan worden vastgesteld middels een op zich bekende meetmethode, bijvoorbeeld door een representatief monster van het product te nemen, eventueel te verdunnen, en uit te platen. Het aantal kolonies van micro-organismen kan dan geteld worden. Er bestaan ook automatische systemen, waarin het aantal micro-organismen geteld 30 wordt en meetsystemen waarin door middel van een kleuragens dat

reageert op de hoeveelheid micro-organismen het aantal kiemen bepaald wordt.

Onder een vloeibare vorm wordt hier een stroombare vorm verstaan, zoals een vloeistof, een homogene oplossing die een of meer vaste stoffen bevat, een nevel van druppeltjes, maar ook een heterogeen mengsel (slurrie) van een of meer vloeistoffen en een of meer vaste stoffen, waarbij niet alle vaste stof of stoffen geheel hoeven te zijn opgelost. Voorbeelden van slurries zijn emulsies, suspensies, dispersies, en dergelijke. Het is een voordeel van een werkwijze volgens de uitvinding dat, dankzij de 5 kortstondige hittebehandeling tijdens steriliseren en vooral bij pasteuriseren, stabielere emulsies bereid kunnen worden. Het is bovendien mogelijk om in een werkwijze volgens de uitvinding plantenextracten te pasteuriseren of te steriliseren, en eventueel te drogen. Een bijzonder voordeel van een werkwijze volgens de uitvinding is dat deze bijzonder 10 geschikt is kiemen in plantenextracten te doden, terwijl vluchtige verbindingen zoals plantaardige oliën voor een belangrijk deel in het product aanwezig blijven. Zo is de uitvinding bijvoorbeeld zeer geschikt voor de behandeling van valeriaanextracten, zoals een water of ethanol extract waarin thermolabiele valepotriaten en vluchtige oliën zoals valerenzuren 15 beter behouden blijven dan met conventionele processen, maar ook voor de behandeling van alcoholische gemberextracten, met daarin zyngibereen. Bovendien is gebleken dat bijvoorbeeld groene thee extracten uitstekend gedroogd kan worden waarbij een geringere mate van polymerisatie van 20 polyfenolen optreedt dan met conventionele processen.

Met een vaste stof wordt hier een stof bedoeld die zich in droge toestand bij de omgevingstemperatuur in een vaste fase bevindt, daarbij inbegrepen een kristallijne of een amorfase.

Met het droge stof gehalte van een substantie wordt de hoeveelheid vaste stof bedoeld die zich opgelost dan wel gemengd (bijvoorbeeld 25 gedispergeerd of geëmulseerd) in een samenstelling bevindt.

Met een gemiddelde deeltjesdiameter wordt hier het aantal gemiddelde bedoeld.

De uitvinding blijkt uitermate geschikt te zijn voor het verkrijgen van een gepasteuriseerd of gesteriliseerd product met een goede microbiologische kwaliteit, waarbij bovendien in vergelijking met vergelijkbare conventionele technieken de activiteit, de oplosbaarheid en/of de structuur van eventueel aanwezige hittegevoelige stoffen beter behouden blijft.

Een stof wordt als hittegevoelig beschouwd, indien de stof in een te pasteuriseren product na een standaard pasteurisatiebehandeling van 20 seconden bij een temperatuur van 82 °C in belangrijke mate irreversibel veranderd is ten opzichte van genoemde stof in genoemd product zonder deze hittebehandeling. Deze verandering zou bijvoorbeeld bepaald kunnen worden aan de hand door meting van de fysicochemische eigenschappen van het product of aan de hand van een verandering van een bepaalde biologische activiteit. Een eenvoudige methode om te bepalen of een stof hittegevoelig is het meten van veranderingen in de oplosbaarheid van de stof voor en na hittebehandeling. Een dergelijke methode voor zuiveleiwitten is bijvoorbeeld de bepaling van de mate van denaturatie voor standaard pasteurisatie en na standaard pasteurisatie door een monster van het eiwit houdende product in een oplossing te brengen (bijvoorbeeld leidend tot een oplossing met 10 gewichtsprocent product) van een buffer met een pH van 4,6 waardoor gedenatureerde en geagglomereerde eiwitten neerslaan. Na centrifugeren kan dan de hoeveelheid eiwit in de gevormde pellet van gedenatureerd en/of geagglomereerd eiwit en in de oplossing met het natieve eiwit bepaald worden. Hittegevoelige eiwitten zullen na de boven genoemde standaard pasteurisatie typisch voor tenminste 20 % uit de oplossing verdwenen zijn.

Voorbeelden van dergelijke hittegevoelige stoffen zijn peptiden (inclusief oligo- en polypeptiden) zoals bijvoorbeeld groeihormonen, eiwitten,

immunoglobulines, enzymen, bepaalde vetzuren, cytokines, vitamines, antioxidanten zoals bijvoorbeeld polyfenolen, mineralen, hormonen, steroïden, sommige polysacchariden, suikers, valepotriaten (zoals voorkomen in valeriaan), zyngibereen (bijvoorbeeld uit gember) en bepaalde complexe lipiden. Bovendien worden vluchtige stoffen tot de hittegevoelige stoffen gerekend, omdat ze onder invloed van hitte weliswaar niet per se chemische veranderingen hoeven te ondergaan maar wel geneigd zijn uit een product te verdampen. Voorbeelden van dergelijke vluchtige stoffen zijn vluchtige oliën die bijvoorbeeld aanwezig kunnen zijn in plantenextracten zoals valerenzuren die aanwezig zijn in een polair extract van valeriaan.

Zo blijkt het met de werkwijze mogelijk om een product te maken met een hoog gehalte aan een of meer hittegevoelige stoffen, in een actieve of activeerbare vorm, waardoor de (intrinsieke) biologische activiteit van zo'n hittegevoelige stof behouden kan blijven. Zo blijkt bijvoorbeeld een immunoglobuline in een volgens de uitvinding gepasteuriseerd product meer dan 80 % van zijn activiteit te kunnen behouden. Ook in een volgens de uitvinding gesteriliseerd product zal de activiteit van een of meer hittegevoelige stoffen beter behouden blijven dan in een op conventionele wijze gesteriliseerd product, zeker voor wat betreft een middelmatig thermisch labiele stof en een slechts in geringe mate hittegevoelige stof.

Een activeerbare vorm is bijvoorbeeld een verbinding in een product die tijdens de verwerking van het product een conformatieverandering ondergaat maar zich weer in een actieve conformatie bevindt wanneer het product uiteindelijk gebruikt wordt.

In het geval van bijvoorbeeld wei-eiwitten maar ook bij andere polypeptiden vindt er in het algemeen bij verhitting in eerste instantie ontvouwing van de moleculen op (een conformatieverandering of denaturatie) die nog reversibel is en vervolgens kan er (irreversibele) polymerisatie optreden van deze hittegevoelige moleculen, waarbij er ongewenste aggregaten ontstaan. Doordat het met een werkwijze volgens de

uitvinding mogelijk is gebleken effectief te pasteuriseren of te steriliseren door een kortstondige en snelle verhitting, zullen de moleculen zoals eiwitten dus niet of in veel mindere mate polymeriseren zodat er geen of veel kleinere agglomeraten ontstaan. Hierdoor kan een gepasteuriseerd of
5 een gesteriliseerd product niet alleen een of meer hittegevoelige stoffen met een beter behouden activiteit, oplosbaarheid en/of moleculaire maar ook macroscopische structuur bevatten, maar bovendien een meer gewenste structuur hebben en zorgt het lage gehalte aan aggregaten voor een verlaagde onderhoudsgevoeligheid van de inrichting waarin de werkwijze
10 wordt uitgevoerd. De kans op verstoppingen in het pasteurisatie- of sterilisatiesysteem of efficientieverlagingen van eventueel aanwezige warmtewisselaars ten gevolge van aankoeken van eiwit- of andere agglomeraten wordt namelijk sterk verlaagd dankzij een werkwijze volgens de uitvinding.

15 Tevens heeft een werkwijze volgens de uitvinding voor het pasteuriseren van een product dat een mengsel van vloeistoffen of een emulsie omvat als voordeel, dat, dankzij de uitermate kortstondige verhitting er minder of helemaal geen ontbinding optreedt.

Een methode volgens de uitvinding blijkt uitermate geschikt voor
20 het bereiden van een product onder het behoud van de gewenste activiteit met een uitermate goede microbiologische kwaliteit, waarbij het aërobe kiemgetal per gram droog product bij 30°C minder bedraagt dan 10.000, en bij voorkeur minder dan 5000, in ten minste vier van vijf representatieve monsters die geanalyseerd worden. Het aërobe kiemgetal per gram product bij 55°C zal minder dan 1000, en bij voorkeur minder dan 500, bedragen in
25 ten minste vier van genoemde vijf monsters.

Vanwege de effectieve sterilisatie of pasteurisatie en het behoud van hittegevoelige stoffen in een gewenste vorm, is de uitvinding uitermate geschikt voor een breed scala aan producten. Voorbeelden van producten die

- bij voorkeur verkrijgbaar zijn middels een werkwijze volgens de uitvinding zijn (complex) voedingen met daarin hittegevoelige bestanddelen zoals zuigelingenvoedingen of sportvoedingen, en biologische stoffen zoals ei-producten, plantenextracten, melk, wei maar ook bloed , alsmede
- 5 preparaten waarin deze ingrediënten verwerkt zijn, en die bijvoorbeeld een of meer hittegevoelige peptiden en/of eiwitten zoals bepaalde immunoglobulines, groeifactoren en/of andere hormonen, en/of andere hittegevoelige stoffen zoals vitamines en/of polyfenolen, bevatten.

Sterilisatie wordt bij voorkeur toegepast op producten waarvan de houdbaarheid (shelf-life) erg lang moet zijn. Bovendien kan het de voorkeur hebben sterilisatie toe te passen op producten voor consumenten met een zwakke gezondheid, waarbij het verkrijgen van een product met een zo laag mogelijk kiemgetal extra belangrijk is vanwege hun mogelijkerwijs minder goed functionerend afweersysteem. Voorbeelden van dergelijke producten zijn bepaalde voedingen voor patiënten, zoals intraveneus in te dienen voedingen en dergelijke.

Zoals reeds is aangegeven vindt pasteurisatie of sterilisatie volgens de uitvinding plaats door een productstroom met stoom te vernevelen in een mengkamer. Door de hoge temperatuur van de stoom en de intensieve menging vindt de kiemdoding snel plaats. Bij voorkeur wordt ten gevolge van een turbulente menging van productstroom en stoom een fijne nevel gevormd waardoor het in de nevel aanwezige product snel verhit wordt. De pasteurisatie of sterilisatie blijkt efficiënt te verlopen door de condities zo te kiezen dat er stoom met hoge temperatuur gebruikt wordt en de stoom middels flash verdamping weer wordt verwijderd. Hierdoor kan een grondige verhitting van het gehele product uitermate snel plaatsvinden, zodat met een korte intense hittebehandeling een betere verhouding tussen de mate van kiemdoding en (irreversibele) inactivering van hittegevoelige stoffen gerealiseerd kan worden.

Aan de hand van de hierin beschreven criteria zal de vakman een keuze kunnen maken uit de in de techniek bekende mengkamers voor een specifieke toepassing. Een mengkamer omvat in het algemeen een of meer instroomopeningen voor stoom- en voor productstromen, waarbij een
5 productstroom eventueel al voorgemengd kan zijn met een deel van de stoom. Het heeft voor de meeste toepassingen de voorkeur om de mengkamer zo te kiezen dat er slechts één productstroom verneveld wordt met één stoomstroom, aangezien dit de reiniging van de mengkamer na gebruik vereenvoudigt.

10 Een schematische weergave van een geschikte nozzle (spuitmond) voor pasteurisatie of sterilisatie volgens de uitvinding is weergegeven in figuur 1, waarin een nozzle met mengkamer wordt getoond. Een nozzle met mengkamer blijkt uitermate effectief gebruikt te kunnen worden voor het pasteuriseren of steriliseren van een product. Een geschikte mengkamer wordt in het algemeen gekenmerkt doordat er stoom en te behandelen
15 product in worden gemengd en verneveld, waarbij het volumedebiet van de stoom veel groter zal zijn dan van het te behandelen product en de verblijftijd van het verneveld product voldoende lang is om een gewenste mate van kiemdoding te verkrijgen. De volumeverhouding tussen de
20 stoomstroom en de productstroom kan bijvoorbeeld tussen circa 20:1 en 100:1 liggen. Het is van belang dat de druk in de mengkamer hoger is dan in de ruimte waarnaar het gepasteuriseerde of gesteriliseerde product geleid wordt.

De vorm en grootte van de instroomopeningen voor de stoomstroom
25 (1) en de stroom van het product in vloeibare vorm (2) in de mengkamer en hun onderlinge positie wordt zodanig gekozen dat er intensieve menging plaats vindt tussen product en stoom. Opgemerkt zij, dat de instroomopeningen zo geplaatst kunnen zijn (als getoond in figuur 1) dat de stoomstroom en de productstroom in hoofdzaak evenwijdige richting de
30 mengkamer binnenstromen. Dit kan zowel op horizontale, verticale als

diagonale wijze plaatsvinden. Het is echter ook mogelijk dat de stoomstroom en de productstroom onder verschillende hoeken de mengkamer binnen worden geleid, bijvoorbeeld een verticale stoomstroom en een horizontale productstroom. De instroomopeningen zijn voorts zodanig geplaatst, dat het 5 product verneveld wordt in kleine druppeltjes die na een korte verblijftijd in de mengkamer (4) door een uitstroomopening (5) de mengkamer verlaten bijvoorbeeld naar een droogkamer (6). De instroomopening(en) voor de stoomstroom bevatten bij voorkeur een stoomverdeelplaat (3). Door de dimensies van de mengkamer en/of de uitstroomopening(en) te wijzigen op 10 de voor de vakman bekende wijze, kunnen de gemiddelde verblijftijd en deeltjesgrootte van de verneveldde druppels worden gevarieerd.

De menging wordt bij voorkeur gerealiseerd door de productstroom en de stoomstroom dicht bij de instroomopening van het product in de mengkamer in contact te laten komen en de stoom met grote snelheid 15 rondom het product te brengen dat daardoor in kleine druppeltjes wordt opgebroken. In een voorkeursuitvoeringsvorm vindt een dergelijke menging plaats door concentrisch rondom de instroomopening van product in de mengkamer de stoom bij het product te brengen. De verhouding productstroom tot stoomstroom kan binnen brede verhouding gevarieerd worden. In een voorkeursuitvoeringsvorm is deze verhouding 1,6-10 kg 20 product in vloeibare vorm per kg stoom. Bijzonder goede resultaten zijn bovendien gerealiseerd bij een nat productstroom-stoomstroom verhouding van 1,75-7 kg product in vloeibare vorm per kg stoom. In het geval van een werkwijze waarbij een mengsel gepasteuriseerd wordt, dat een vaste stof of 25 een stof die vast kan worden door droging, omvat (bijvoorbeeld een dispersie), wordt bij voorkeur stoom gemengd met het te pasteuriseren of steriliseren product in een product tot stoom verhouding van ongeveer 0,7 tot 6,5 kg vaste stof per kg stoom. In termen van volumestromen zal, afhankelijk van de temperatuur en de heersende druk, de volume- 30 verhouding sterk afwijken van de massaverhouding.

In principe is elk type mengkamer geschikt waarin stoom en product gemengd en verneveld kunnen worden. Bijzonder geschikt voor het mengen en vernevelen van een product-stoombgemengsel volgens de uitvinding is een nozzle zoals "two-fluid" type nozzle, waarvan een voorbeeld is
5 geschreven in EP-B 0 438 783. (Zie Fig. 1 van EP-B 0 438 783). Deze nozzle bevat een kleine kamer aan het einde van een productleiding, waarin stoom en product worden samengebracht. Om de pasteurisatie- of sterilisatiecapaciteit te verhogen kunnen meer nozzles in een parallelle opstelling worden toegepast.

10 De temperatuur van de toegevoerde verzadigde of oververhitte stoom in een werkwijze volgens de uitvinding ligt bij voorkeur in het bereik van 120-250 °C, en bij grotere voorkeur tussen 150 °C en 210 °C. In het algemeen zal de temperatuur in de mengkamer op het gewenste niveau gehouden worden door de stoom, al is het ook mogelijk dat de mengkamer 15 zelf verhit wordt door een andere hittebron.

Goede resultaten zijn behaald bij een stoomdruk van 3-20 bar en in bijzonder bij een stoomdruk van 5-15 bar in mengkamers met een lengte van circa 1-20 cm. Een geschikte verblijftijd in de mengkamer ligt - afhankelijk van de temperatuur, het product en de vereiste reductie van het aantal kiemen - bij voorkeur in het bereik van 0,2-20 msec, en bij grotere voorkeur tussen 1 en 10 msec. De temperatuur van de stoomstroom en de verblijftijd in de mengkamer worden zo gekozen dat een gewenste mate van doding van micro-organismen plaatsvindt. De hierboven genoemde bereiken voor de temperatuur, verblijftijd en andere condities zijn geschikt voor 20 pasteurisatie maar ook voor sterilisatie. In een voorkeurswerkwijze voor het bereiden van een gepasteuriseerd product bedraagt de decimale reductie tenminste 2 (een vermindering met een factor 100), bij grotere voorkeur tenminste 2,4, bij nog grotere voorkeur 2,6 of meer. Voor sterilisatie van een bepaald product zullen een hogere temperatuur en/of langere verblijftijd 25 30 langer worden ingesteld dan voor pasteurisatie van een gelijksoortig

product om een grotere mate van kiemdoding te realiseren. Bij voorkeur leidt de sterilisatie tot een decimale reductie van het aantal kiemen van tenminste 5 of zelfs 7 of meer.

- In principe kan de uitvinding ook gebruikt worden voor
- 5 pasteuriseren of steriliseren van een product in een vloeibare vorm met een laag vaste stofgehalte, bijvoorbeeld van 2-20 %, een product met minder dan 2 % droge stof gehalte of zelfs een vloeistof waarin geen vaste stoffen zijn opgelost. De uitvinding is niet alleen geschikt voor producten met een lage viscositeit maar ook in het bijzonder voor de behandeling van
 - 10 productstromen met een hoge viscositeit tot meer dan 0,5 Pas, of zelfs 1 Pas of hoger. Met viscositeit wordt hier de dynamische viscositeit bedoeld van de productstroom onder de tijdens de werkwijze geldende condities.

Het is verder een bijzonder aspect van de uitvinding dat het droge stof gehalte in de vloeibare vorm die het product omvat hoog kan zijn, zonder dat er vervuilingsproblemen, zoals verstopping, optreden. In een voorkeursuitvoeringsvorm voor bijvoorbeeld een eiwitten, koolhydraten en/of vetten omvattend product, bedraagt het droge stof gehalte van de te pasteuriseren of steriliseren stroom die het product omvat meer dan 45 gewicht %. Een droge stof gehalte van het product in vloeibare vorm van tenminste 53 gewicht % heeft een nog grotere voorkeur. Doordat het mogelijk is een product in vloeibare vorm met een hoog droge stof gehalte te behandelen, blijkt er met een werkwijze volgens de uitvinding energie bespaard te kunnen worden. Bovendien kan zo volstaan worden met een milder, bij voorkeur kortere, hittebehandeling, zodat hittegevoelige componenten beter intact blijven.

- 25 Voor een extra snelle afkoeling van bijvoorbeeld een vloeistof, kan het vloeibare product na het doden van micro-organismen, in een koelinrichting gespoten worden. Hiervoor is een expansievat uitermate geschikt. Door de snelle afkoeling wordt een effectieve pasteurisatie of sterilisatie en behoud van (activiteit van) hittegevoelige stoffen bevorderd.

Bovendien kan het verkregen product desgewenst door een warmtewisselaar geleid worden.

Een werkwijze voor het pasteuriseren of steriliseren van een product volgens de uitvinding blijkt bovendien uitstekend te combineren met verdere verwerking van een gepasteuriseerd dan wel gesteriliseerd product, zoals bijvoorbeeld drogen. Zo blijkt een gepasteuriseerd of gesteriliseerd product in een vloeibare vorm, dat een of meer vaste stoffen omvat, op bijzonder efficiënte wijze in één stap gedroogd te kunnen worden tot een poeder door middel van sproeidrogen. Producten met een laag droge stof gehalte kunnen effectief gedroogd worden, middels de uitvinding, mits het product een geschikte viscositeit heeft om te kunnen stromen en verneveld te kunnen worden. Dergelijke geschikte viscositeiten zijn aan de vakman bekend of kunnen eenvoudig empirisch bepaald worden. Zeer goede resultaten zijn bereikt met producten met een viscositeit in het bereik van 0,04 Pas tot en met 1 Pas in het bijzonder met producten met een viscositeit in het bereik van 0,05 tot 1 Pas.

In een voorkeurswerkwijze voor de bereiding van bijvoorbeeld een product dat een eiwit, vet, koolhydraat en/of een of meer andere voedingstoffen omvat, is het droge stof gehalte van het product in vloeibare vorm meer dan 45 % en bij grotere voorkeur tenminste 53 %.

Gedroogde poedervormige producten, zoals voedingsproducten, worden al op grote schaal bereid door sproeidrogen. Sproeidrogen vindt veelal plaats door een oplossing van een te drogen product in een ruimte te spuiten, veelal als nevel, waarna bij verhoogde temperatuur het oplosmiddel wordt verdamppt. Voor het verdampen wordt meestal hete (droge) lucht gebruikt die in grote hoeveelheden in de droogruimte wordt geblazen. Een dergelijke werkwijze is bijvoorbeeld bekend uit EP 0 043 693, waarin zogenaamde multi-fluid nozzles, zijn beschreven voor het versproeien van een visceuze vloeistof, in het bijzonder molasse, voor diervoeder. Een nadeel van een dergelijke werkwijze is dat veelal gecomprimeerde droge lucht

bijgemengd dient te worden. Dit vergt speciale dure apparatuur om een voldoende hoeveelheid steriele lucht te produceren. Om die reden wordt een dergelijk principe niet veel toegepast in bijvoorbeeld de zuivelindustrie.

In EP-B 0 438 783 wordt een two-fluid nozzle beschreven waar een
5 hoeveelheid stoom en zetmeel in water doorheen wordt geleid, waarbij tijdens het versproeien onder de juiste omstandigheden het zetmeel in belangrijke mate verstijfseld kan worden, waarna het zetmeel gedroogd wordt.

Het volgens de uitvinding combineren van pasteuriseren of
10 steriliseren en drogen heeft proces-economische maar ook kwalitatieve voordelen. Bij een conventionele procesvoering, waarbij separaat een pasteurisatie/sterilisatie-inrichting en een drooginrichting worden toegepast, treedt door denaturatie van actieve stoffen dikwijls vervuiling op van de warmtewisselaar van de drooginrichting. Dit fenomeen wordt in een
15 gecombineerde pasteurisatie/sterilisatie- en droogbehandeling volgens de uitvinding in hoofdzaak geheel uitgesloten. Het heeft dan ook de voorkeur in een combineerde pasteurisatie/sterilisatie- en droogbehandeling volgens de uitvinding, dat de pasteurisatie of sterilisatie die in een pasteurisatie/sterilisatie-nozzle volgens de uitvinding wordt uitgevoerd, in
20 hoofdzaak de enige pasteurisatie- of sterilisatiestap in de gehele productbereiding is.

Het gepasteuriseerde of gesteriliseerde product kan op conventionele wijze worden gedroogd, zoals in een *fluid bed* drooginrichting maar er is ook gevonden dat het mogelijk is het vernevelde gepasteuriseerde of gesteriliseerde stoom-productmengsel direct in een stoomdroogkamer te verstuiven. Hierin kan het product in plaats van met droge lucht, met behulp van oververhitte stoom worden gedroogd. Dit proces wordt stoomdrogen genoemd. Er is gevonden dat een bijzonder gunstige procesvoering bereikt wordt, wanneer een pasteurisatie/sterilisatie-nozzle volgens de uitvinding wordt gecombineerd met een stoomdrooginrichting.

Bij voorkeur wordt dit op zodanige wijze gedaan dat er, voor wat betreft de gebruikte stoom, een in hoofdzaak gesloten systeem gerealiseerd wordt.

Hiermee wordt bedoeld dat (een deel van de) gebruikte stoom wordt gerecirkuleerd. Het deel van de stoom dat tijdens het proces condenseert zal 5 in het algemeen worden afgevoerd uit de stoomdrooginrichting. De oververhitte stoom wordt door de droogkamer geleid en zorgt er voor dat water uit het product verdampt. Na het verlaten van de droogkamer kan de stoom (met de stoom die uit het product komt) weer gecomprimeerd en verhit worden tot de gewenste mate van oververhitting en kan de 10 resulterende oververhitte stoom teruggeleid worden in de droogkamer.

Hierdoor is de benodigde drogingsenergie veel lager dan bij conventionele droging met droge lucht, die niet zo eenvoudig kan worden hergebruikt. De omstandigheden waarmee gedroogd wordt, worden afhankelijk van het product gekozen. De vakman wordt geacht op basis van zijn normale 15 vakken een geschikte optimalisatie te bereiken. De temperatuur zal in de meeste gevallen liggen tussen 150 en 500°C.

Het moge duidelijk zijn dat de kwaliteit van het ingeblazen stoom in overeenstemming moet zijn met de vereiste kwaliteit van het te drogen product. Voor het stoomdrogen van bijvoorbeeld een voedingsmiddel dient 20 de ingeblazen stoom *food grade* te zijn, en dus in essentie vrij van minerale olie, vochtdruppels, micro-organismen en vuil.

Het stoomdrogen volgens de uitvinding heeft als bijkomend voordeel dat doordat er in de mengkamer van de nozzle al stoom wordt toegevoerd, gelijktijdig verneveling en pasteurisatie of sterilisatie plaats 25 vindt en er in een in hoofdzaak gesloten systeem de overmaat stoom voor verneveling kan worden hergebruikt. Het blijkt overigens ook dat een dergelijke stoomdroogwerkwijze uitermate geschikt is voor het stoomdrogen van een product in vloeibare vorm, dat in de mengkamer onder bjmenging met stoom wordt verneveld en in een stoomdroogkamer wordt gesproeid en 30 met oververhitte stoom wordt gedroogd. Bij voorkeur wordt dan de stoom

die weer uit de droogkamer komt weer hergebruikt nadat deze weer oververhit is.

Eventueel kan een door middel van drogen gedeeltelijk gedroogd product tot een lager vochtgehalte worden nagedroogd op conventionele 5 wijze, zoals bijvoorbeeld met een *fluid bed* drooginrichting.

De combinatie van pasteuriseren of steriliseren en stoomdrogen of conventioneel sproeidrogen kan uitstekend worden uitgevoerd met behulp van een hierboven beschreven nozzle zoals bijvoorbeeld getoond wordt in figuur 1. Voor het zo goed mogelijk verstuiven in de droogkamer loopt de 10 uitstroomopening bij voorkeur conisch toe. In een voorkeursuitvoeringsvorm bedraagt de diameter aan het einde van de uitstroomopening maximaal 6 mm, bijvoorbeeld ongeveer 4-5 mm, of nog kleiner. Indien een grotere doorvoercapaciteit gewenst is, bestaat de mogelijkheid om een aantal nozzles parallel aan elkaar te gebruiken.

15 Bovendien is gebleken dat in een volgens de uitvinding gedroogd poeder, nauwelijks of geen ongewenste organoleptische veranderingen te weeg zijn gebracht en dat een volgens de uitvinding gedroogd poeder een voldoende oplosbaarheid heeft voor allerlei toepassingen. Een werkwijze volgens de uitvinding is aldus geschikt voor het bereiden van een product 20 dat zonder gezondheidsrisico's kan worden geconsumeerd, eventueel na reconstitutie in een geschikte vloeistof.

Voorts kan de uitvinding gebruikt worden voor het vervaardigen 25 van consumptieproducten of andere poedervormige producten, die behalve hittegevoelige componenten ook zetmeel en vele andere voedingsmiddelen bestanddelen bevatten. In werkwijzen volgens de stand der techniek worden deze producten veelal bereid door alle gewenste componenten op te lossen waarbij als bron voor het zetmeel voorverstijfseld zetmeel wordt gekozen. Dit heeft als nadeel dat het zetmeel in een aparte processtap voorverstijfseld moet worden hetgeen de kans op microbiologische 30 besmetting vergroot.

Er is nu gevonden dat door het toepassen van een werkwijze volgens de uitvinding, waarbij kiemen worden gedood en de activiteit van eventueel aanwezige hittegevoelige stoffen behouden kan blijven, bovendien natief zetmeel in een product met vele voedingsmiddelbestanddelen in 5 belangrijke mate verstijfseld kan worden, waardoor het product geschikt wordt voor menselijke consumptie. Er is gebleken dat een dergelijk gepasteuriseerd of gesteriliseerd en eventueel gedroogd product dat bereid is volgens de uitvinding een geschikte microbiologische kwaliteit heeft. Er is na evaluatie van een product ook gevonden, dat tijdens het drogen volgens 10 de uitvinding veel minder ongewenste reacties, zoals overmatige polymerisatie, oxidatie, reductie, irreversibele denaturatie en dergelijke plaatsvinden dan bij het toepassen van gangbare technieken. Voor zover tijdens het toepassen van een werkwijze volgens de uitvinding denaturatie en/of polymerisatie plaatsvindt, is dit in mindere mate het geval dan bij een 15 conventionele werkwijze van een gelijk product waarbij een zelfde decimale reductie van het kiemgetal is gerealiseerd. Bovendien is in een voorkeursuitvoeringsvorm de eventueel optredende denaturatie voor een belangrijk deel reversibel of treedt er althans minder irreversibele denaturatie op dan bij een conventionele werkwijze.

20 Met een werkwijze volgens de uitvinding is een product te verkrijgen met een relatief zeer goede bevochtigbaarheid en oplosgedrag. In een voorkeursuitvoeringsvorm bestaat een gedroogd poedervormig product verkregen volgens de uitvinding uit kleine deeltjes, met een gemiddelde diameter van niet meer dan 60 µm, hetgeen minder is dan de gemiddelde 25 deeltjesgrootte bij toepassing van conventionele sproeidroogtechnieken, waarbij de diameter meestal meer dan 100 µm bedraagt. In een voorkeurswerkwijze is het mogelijk een poedervormig product te verkrijgen waarvan de deeltjes een gemiddelde grootte hebben in het bereik van 10 -60 µm. In een andere voorkeursuitvoeringsvorm hebben de deeltjes een

gemiddelde grootte van 20-50 µm. De gewenste diameter hangt af van de aard van het product en kan desgewenst ook kleiner of groter zijn.

Deze kleine deeltjes kunnen gevormd worden, door de condities zo te kiezen dat er tijdens de verneveling kleine druppeltjes ontstaan, 5 bijvoorbeeld door een hoge druk in de mengkamer, die op allerlei manieren gerealiseerd kan worden zoals door een hoge stoomstroom/productstroomverhouding en/of een kleine diameter van de uitstroomopening. Kleine druppeltjes worden na het verlaten van de mengkamer via de sputiopening snel gedroogd, waarbij er een snelle afkoeling van de druppeltjes plaats 10 blijkt te vinden, hetgeen een belangrijk voordeel is voor het bereiken van een zo goed mogelijke microbiologische kwaliteit van het product.

De poederdeeltjes, ook wel primaire deeltjes genoemd, in een product volgens de uitvinding kunnen tijdens het drogen voor de uitvinding karakteristieke agglomeraten vormen. Door het vormen van dergelijke 15 agglomeraten kan de oplosbaarheid van een product verbeterd worden. De vorming van agglomeraten in een werkwijze volgens de uitvinding kan gestimuleerd worden door het sproeidrogen uit te voeren in een inrichting waarbij de uitstroomopeningen van een aantal nozzles op elkaar gericht staan, zodat de uitstromende nevels zich mengen. Een dergelijke techniek 20 wordt ook wel *InterSpray Mixing* genoemd, waarbij tenminste een deel van de primaire product deeltjes agglomereren. Er is gevonden dat het agglomereren beter verloopt door gebruik te maken van een aantal nozzles volgens de uitvinding dan in een conventioneel droogproces. Zonder de uitvinding hiertoe te beperken wordt gedacht dat dit waarschijnlijk mede te 25 danken is aan de wijze van verneveling die optreedt, waarbij de agglomeratie tevens plaats vindt in de menggebied waar stoom/product nevel uit verschillende nozzles samenkommen. Verder blijven in vergelijking met droging door middel van hete lucht, in een voorkeurs-uitvoeringsvorm van een stoomdroogproces volgens de uitvinding, kleine 30 productdeeltjes aan de buitenkant relatief nat ten gevolge van het

aanwezige stoom, hetgeen tot een mate van plakkerigheid kan leiden zodat de productdeeltjes die met elkaar botsen beter agglomereren.

In een voorkeursuitvoeringsvorm worden de geagglomereerde deeltjes gescheiden van de niet-geagglomereerde en kleine deeltjes. Er is nu gevonden dat hiervoor bijvoorbeeld een conventionele cycloon bruikbaar is. De niet geagglomereerde deeltjes kunnen vervolgens in een voorkeurs-uitvoeringsvorm via een of meer nozzles teruggeleid worden in een stoomdroogkamer en alsnog met andere deeltjes agglomereren.

De agglomeraten worden bij voorkeur gevormd van de primaire deeltjes. Afhankelijk van het product en de werkwijzeparameters kan de grootte van de agglomeraten worden ingesteld. Doorgaans is het voordelig om agglomeraten met een zo groot mogelijke omvang te realiseren. De grootte van de agglomeraten kan tot 200 µm of meer zijn.

De uitvinding zal nu verder geïllustreerd worden aan de hand van enkele voorbeelden.

Voorbeeld 1

Een product met de onderstaande samenstelling werd bereid door een slurrie te pasteuriseren en te verstuiven met een two-fluid nozzle (zie figuur 1) met inwendige pasteurisatiekamer. Vervolgens werd het verstoven product gedroogd in een sproeitoren.

Samenstelling (gew.% op basis van droge stof)

vetten	33,4%
eiwitten	23,6%
waarvan:	
wei	18,9%
caseïne	4,4%
koolhydraten (lactose)	35,0%
vitaminen & mineralen	8,0 %

Procescondities

Droge stof gehalte slurrie	55%
Temperatuur slurrie	60°C
Stoomdruk	14 bar
Productdebit	250 kg/h
Volume pasteurisatiekamer	17 ml
Uitstroomopening nozzle	5 mm

Proceskwaliteit

	Aërobe kiemgetal slurrie bij 30°C	80.000 /g
	Aërobe kiemgetal product bij 30°C (na drogen)	<200 /g
5	Vochtgehalte product (na drogen)	<4%

Voorbeeld 2

Een product met de onderstaande samenstelling werd bereid door
10 een slurrie te pasteuriseren en te verstuiven met een two-fluid nozzle (zie figuur 1) met inwendige pasteurisatiekamer. Vervolgens werd het verstoven product gedroogd in een sproeitoren.

Samenstelling (gew.% op basis van droge stof)

15	vetten	27,4%
	eiwitten	11,6%
	waarvan:	
	wei	9,3%
	caseïne	2,3%
	koolhydraten	54,2%
20	waarvan:	
	lactose	34,8%
	glucose	0,1%
	polysacchariden	6,3%
	zetmeel	13,0%
	vitaminen & mineralen	6,8 %

25

Procescondities

	Droge stof gehalte slurrie	50%
	Temperatuur slurrie	63°C
	Stoomdruk	12 bar
30	Productdebit	230 kg/h

	Volume pasteurisatiekamer	20 ml
	Uitstroomopening nozzle	6 mm
<i>Proceskwaliteit</i>		
5	Aërobe kiemgetal slurrie bij 30°C	35.000 /g
	Aërobe kiemgetal product bij 30°C (na drogen)	<200 /g
	Vochtgehalte product (na drogen)	<4%

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bereiden van een gepasteuriseerd of gesteriliseerd product, waarbij het te pasteuriseren of steriliseren product in vloeibare vorm in een verhitte mengkamer wordt gebracht en wordt verneveld onder bijneming van stoom waardoor micro-organismen worden gedood.
- 5 2. Werkwijze volgens conclusie 1 waarbij het verneveld gepasteuriseerde of gesteriliseerde product wordt gedroogd.
3. Werkwijze volgens conclusie 2, waarbij droging plaats vindt door sproeidrogen of stoomdrogen.
4. Werkwijze volgens conclusie 3 waarbij de toegevoerde stoom of een deel daarvan na het verlaten van de droogkamer weer wordt oververhit en teruggeleid naar de droogkamer.
- 10 5. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-4, waarbij het product een hittegevoelige stof omvat en waarbij het pasteuriseren of steriliseren gedurende een voldoende korte tijd plaats vindt om inactivering van een of meer hittegevoelige stoffen in hoofdzaak te voorkomen.
- 15 6. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-5, waarbij de gemiddelde verblijftijd van het mengsel van het product en stoom in de verhitte ruimte tussen 0,2 en 20 msec, bij voorkeur tussen 1 en 10 msec, bedraagt.
- 20 7. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-6, waarbij het product door een uitstroomopening met een grootte van minder dan 6 mm, bij voorkeur minder dan 5 mm, wordt verkregen.
- 25 8. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-7, waarbij de gewichtverhouding tussen het product in vloeibare vorm en stoom ligt tussen 1,6 en 10 en bij voorkeur tussen 1,75 en 7.
9. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-8, waarbij het vaste stofgehalte in het product per 0,7-6,5 kg per kg stoom bedraagt.

10. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-9 waarbij de temperatuur in de mengkamer tussen de 120 en 250 °C bedraagt.
11. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-10 waarbij de stoomdruk in de mengkamer 3-20 bar, bij voorkeur 5-15 bar, bedraagt.
- 5 12. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-11 het product een of meer peptiden, eiwitten, vetten, vitamines, antioxidanten, mineralen, hormonen, steroïden, polysacchariden, plantaardige oliën en/of suikers omvat.
- 10 13. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-12 waarbij het product in vloeibare vorm een droge stof gehalte heeft van meer dan 45 gewicht %, bij voorkeur van tenminste 53 gewicht %.
14. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-13, waarbij het product een stabiele emulsie is.
- 15 15. Werkwijze volgens een van de conclusies 2-14, waarbij het gedroogde product primaire poederdeeltjes bevat met een gemiddelde diameter van 10-60 µm.
16. Werkwijze volgens een van de conclusies 2-15, waarbij het gedroogde product een agglomeraat van primaire poederdeeltjes bevat.
17. Werkwijze volgens conclusie 16, waarbij het product gedroogd wordt onder gebruikmaking van tenminste twee nozzles, waarvan de uitstroomopeningen zodanig zijn opgesteld dat de uittredende nevels die product en stoom omvatten, met elkaar in contact komen.
- 20 18. Werkwijze volgens conclusie 16 of 17, waarbij niet geagglomereerde primaire deeltjes worden gerecirculeerd naar de droogkamer via tenminste een van de spuitmonden.
19. Werkwijze volgens een van de conclusies 1-18, waarbij genoemde pasteurisatie of sterilisatie de enige pasteurisatie- of sterilisatiestap in de bereiding is.
- 25 20. Een product verkrijgbaar volgens een werkwijze volgens een van de voorafgaande conclusies.

21. Een product volgens conclusie 20, waarbij het aërobe kiemgetal per gram gedroogd product bij 30°C in ten minste vier van vijf representatieve monsters minder bedraagt dan 10.000, en bij voorkeur minder dan 5000, en waarbij het aërobe kiemgetal per gram product bij 55°C in ten minste vier van genoemde vijf monsters minder dan 1000, en bij voorkeur minder dan 500, bedraagt.
22. Het gebruik van een nozzle met een mengkamer voor het pasteuriseren of steriliseren van een product in vloeibare vorm.
23. Gebruik volgens conclusie 22 waarbij het product de mengkamer verlaat door een uitstroomopening met een grootte van minder dan 6 mm, bij voorkeur minder dan 5 mm.

1016981

Figuur 1

